



高等学校教材

# 化学实验

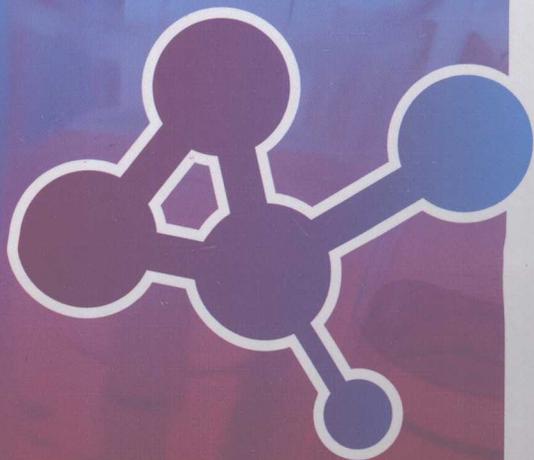
(上册)

河北师范大学、石家庄学院、保定学院、邢台学院、衡水学院 合编

申金山 许明远 郑学忠 主编



化学工业出版社



HUAXUE SHIYAN



高等学校教材

# 化学实验

(上册)

河北师范大学、石家庄学院、  
保定学院、邢台学院、衡水学院 合编

申金山 许明远 郑学忠 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

HUAXUE SHIYAN

本套教材分上、中、下三册共 16 章,按照基础、综合、探究三个层次编排。

上册共 6 章,分别为绪论、实验数据的处理、化学文献简介、化学实验基础知识、化学实验基本操作训练(一)以及元素的性质与离子鉴定。第 1~4 章着重介绍化学实验的学习方法、安全知识、常用仪器、化学文献与试剂、常用实验技术以及数据处理等基本知识,掌握和运用这些知识是学生从事化学实验的必备条件。第 5 章为部分化学实验技术的操作训练,主要涉及仪器的洗涤、试剂的取用、称量技术、简单的分离与提纯技术、滴定技术以及物质的物理常数测定等。第 6 章为元素性质验证及鉴定。

上册共 35 个实验,主要为刚进入大学的学生设计,本着由浅入深、从简到繁、由易到难的原则安排实验。

本教材可供高等师范院校及理工类院校化学及近化学专业使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

化学实验(上册)/申金山,许明远,郑学忠主编. —北京:  
化学工业出版社,2009.8  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-05345-9

I. 化… II. ①申…②许…③郑… III. 化学实验-高等学校-  
教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 094614 号

---

责任编辑:宋林青  
责任校对:凌亚男

文字编辑:管景岩  
装帧设计:史利平

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 13 $\frac{1}{4}$  字数 359 千字 2009 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价: 24.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

根据教育部《高等学校基础课实验教学示范中心建设标准》和“厚基础、宽专业、大综合”教育理念的要求，我们经过大量的调查分析和反复讨论，并借鉴其他高校在化学实验教学改革方面的经验和教训，根据原有高师的无机化学、有机化学、分析化学、物理化学等几大块实验的内在规律和联系，经过去粗取精、去旧取新，进行重组、交叉、融会、整合，形成一个包括基础实验、综合实验和研究设计实验三个层次的实验教学体系。

化学基础实验包括基础性的单元操作练习、基本操作训练和一些小型综合性实验以及多步合成实验。通过基础实验可使学生掌握基本操作技术、熟悉实验仪器、学会实验方法，为综合实验准备条件、打好基础。综合实验的主要内容是将各分支学科的重要知识有机结合在一起，使学生通过综合实验，不仅可以锻炼综合实验技能，而且可以受到科学研究的初步训练，培养科学思维能力。研究设计实验按照设计实验题目，由教师指导学生自己查阅文献资料，设计实验方案，分析实验结果，得出最后结论；还可将科研成果吸收到教学中来，让学生尽早了解学科发展前沿，培养学生创造性思维和独立开展化学实验的能力。

本套教材由上、中、下三册组成，教学目标可以归纳为四个方面：使学生养成良好的实验室工作习惯和素养，掌握化学实验的基本操作技术和技能；验证和深化相应化学理论课程的内容；掌握基本的合成与制备、测量与表征方法；培养学生独立进行实验研究工作的初步能力。将本科生化学实验教学从一般的知识技能传输验证性实验层次，提升到有目的地培养创新能力和实践能力的高度。

本教材具有以下特点：

(1) 层次化与整体性统一。化学实验作为一门独立课程设置，其实验内容与教学进度独立于理论课，通过实验内容的分层次设计，构建一个系统、完整的实验教学新体系。

(2) 经典性与现代性统一。教材精选了以往教学中的一些经典实验内容，选择了一些成熟的、有代表性的现代教学科研成果，一方面加强学生实验技术与技能的训练，另一方面强化学生研究和创造能力的培养。

(3) 知识性与实用性的统一。教材既涉及化学实验基础知识和操作训练，又涉及无机物制备、有机物合成、工业品质量检测、环境分析、天然产物提取等应用性内容。

(4) 学科特点与师范性的统一。体现师范院校的教师教育及化学学科实践性的特点，注重学生创新精神和创新能力的培养。

本教材可供高等师范院校及理工科化学专业使用。

本教材由河北师范大学、石家庄学院、保定学院、邢台学院和衡水学院教材编写组编写。参加上册编写的有冯玉玲、贾密英、梁慧锋、申金山、王立平、王秀玲、邢广恩、许明远、张慧皎、赵建录、郑学忠等。全书最后由申金山通读、定稿。刘翠格为本书的编写提供了宝贵的意见。

由于编者水平所限，本书难免会有不足之处，希望读者批评指正。

编者

2009年2月

# 目 录

## 上 册

第一章 绪论 .....	1	操作及塞子钻孔训练 .....	131
第一节 化学实验的目的 .....	1	实验 5-1 仪器的认领、洗涤和干燥 .....	131
第二节 化学实验的学习方法 .....	1	实验 5-2 试剂取用与试管操作 .....	131
第三节 化学实验室规则 .....	7	实验 5-3 玻璃工操作和塞子钻孔 .....	133
第四节 化学实验安全知识 .....	8	第二节 称量技术训练 .....	137
第五节 化学实验常用仪器介绍 .....	13	实验 5-4 分析天平称量练习 .....	137
第六节 合成实验中常用的仪器装置 .....	21	第三节 溶液配制技术训练 .....	138
第七节 化学实验微型仪器简介 .....	25	实验 5-5 溶液粗配和精确配制 .....	138
第二章 实验数据的处理 .....	31	第四节 物质的分离与提纯操作训练 .....	140
第一节 测定结果的准确度和精密度 .....	31	实验 5-6 去离子水的制备 .....	140
第二节 定量分析中误差产生的原因 .....	32	实验 5-7 氯化钠的提纯 .....	142
第三节 提高分析结果准确度的方法 .....	33	实验 5-8 乙酰苯胺的重结晶 .....	144
第四节 有效数字及其运算规则 .....	34	实验 5-9 工业酒精的蒸馏 .....	145
第五节 分析结果的数据处理 .....	35	实验 5-10 薄层色谱用氧化铝的活性 测定 .....	146
第三章 化学文献简介 .....	39	实验 5-11 海带中提取碘 .....	148
第一节 原始文献 .....	39	第五节 滴定分析基本操作训练 (一) .....	149
第二节 检索工具书 .....	42	实验 5-12 滴定操作练习 .....	149
第三节 综合资料 .....	43	实验 5-13 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ - $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ 混合溶液 浓度的测定 .....	151
第四节 Internet 上的化学数据库 .....	47	实验 5-14 蛋壳中碳酸钙含量的测定 .....	152
第四章 化学实验基础知识 .....	48	实验 5-15 工业纯碱总碱度的测定 .....	153
第一节 常用仪器和实验装置简图的绘制 .....	48	实验 5-16 食用白醋中 HAc 浓度的 测定 .....	154
第二节 常用仪器的洗涤和干燥技术 .....	49	实验 5-17 硫酸铵肥料含氮量的 测定 (甲醛法) .....	155
第三节 酒精喷灯与煤气灯的使用 .....	51	第六节 物理量和热力学常数的测定 技术训练 .....	157
第四节 化学试剂简介 .....	54	实验 5-18 熔点的测定 .....	157
第五节 试剂的取用 .....	56	实验 5-19 沸点的测定 .....	157
第六节 试管操作 .....	58	实验 5-20 有机酸摩尔质量的测定 .....	159
第七节 仪器的连接、装配和拆卸 .....	59	实验 5-21 镁的相对原子质量的测定 .....	160
第八节 常用容量仪器的使用和校准技术 .....	61	实验 5-22 阳离子交换树脂交换容量 的测定 .....	163
第九节 称量技术 .....	69	实验 5-23 直接电位法测定乙酸的电 离度和电离常数 .....	165
第十节 重量分析技术 .....	75	实验 5-24 电位滴定法测定乙酸的电离 常数 .....	167
第十一节 酸度计及使用方法 .....	80		
第十二节 电导率仪的使用方法 .....	83		
第十三节 分光光度计及使用方法 .....	85		
第十四节 物质的分离、提纯及干燥技术 .....	87		
第十五节 化学实验中的控温方法 .....	119		
第十六节 化合物物理常数的测定 .....	122		
第五章 化学实验基本操作训练 (一) .....	131		
第一节 仪器识认、试剂的取用、玻璃工			

实验 5-25 电导率法测定乙酸的电离常数 .....	168	与鉴定 .....	197
实验 5-26 $I^- + I_2 \rightleftharpoons I_3^-$ 平衡常数的测定 .....	170	实验 6-7 生物体中几种元素的定性鉴定 .....	200
实验 5-27 摩尔气体常数的测定 .....	178	附录 .....	202
实验 5-28 阿伏加德罗常数的测定 .....	179	附录 1 实验室常用酸、碱的密度和浓度 (293.2K) .....	202
<b>第六章 元素的性质与离子鉴定</b> .....	181	附录 2 常用指示剂 .....	202
实验 6-1 p 区重要非金属及其化合物的性质 .....	181	附录 3 滴定分析常用标准溶液的配制和标定 .....	204
实验 6-2 主族重要金属及其化合物的性质 .....	185	附录 4 弱电解质的解离常数 (298.2K) .....	205
实验 6-3 ds 区元素重要化合物的性质 .....	188	附录 5 难溶化合物的溶度积常数 (298.2K, $I=0$ ) .....	207
实验 6-4 d 区元素 (铬、锰、铁、钴、镍) 化合物的性质 .....	190	附录 6 标准电极电势 (298.2K) .....	208
实验 6-5 常见金属阳离子的分离与鉴定 .....	193	附录 7 某些离子和化合物的颜色 .....	209
实验 6-6 常见非金属阴离子的分离		参考文献 .....	213

第七章 无机物的制备与检验
第八章 化学实验基本操作训练 (二)
第九章 物质的分离与分析

第十三章 多步骤有机合成实验
第十四章 物理化学实验

## 中 册

第十章 有机物的性质与鉴定
第十一章 实用分析与检验
第十二章 基础有机合成

## 下 册

第十五章 综合实验
第十六章 研究设计性实验

# 第一章 绪 论

## 第一节 化学实验的目的

实验是人类研究、探索自然规律的一种基本的科学方法。化学科学中的所有定律、原理、学说都来源于实验，并受实验的检验。作为化学学科的学生，只有通过化学实验课程的系统训练，掌握并熟练运用化学实验这一手段，才有可能成为优秀的化学工作者。化学实验课是传授知识与技能、训练科学思维与方法、培养科学精神与职业道德、实施全面化学素质教育的最有效的形式。

化学实验课程内容包括基础性的操作训练实验与综合性的技术实验；理论的验证实验与主观能动的探索实验；无机物的制备实验与有机物的合成实验；经典的方法实验与现代的研究实验。

化学实验的主要目的：

(1) 使学生正确地掌握化学实验的基本操作方法、技能和技巧，学会使用化学实验的仪器，具备设计安装简单实验装置的能力。

(2) 使学生掌握一些常见无机物制备、有机物的合成以及分离与提纯方法，通过验证基础化学的基本反应规律及基本理论，加深对基本概念的理解。

(3) 培养学生正确观察、记录和分析实验现象、合理处理实验数据、规范绘制仪器装置图、撰写实验报告、查阅文献资料等方面的能力。

(4) 培养学生实事求是的科学态度，养成准确、细致、整洁的实验习惯，具有科学的思维方法及处理实验中一般事故的能力。

## 第二节 化学实验的学习方法

### 一、充分预习

化学实验课是一门理论联系实际的综合性的课程，同时，也是培养学生独立工作能力的重要环节。因此，要达到实验的预期效果，必须在实验前认真地预习有关实验内容，做好实验前的准备工作。预习时要明确实验目的，知晓实验原理，了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的事项。要写好预习笔记，做到心中有数。

实验前的预习，主要包括看、查、写三方面的工作。

看：仔细地阅读与本次实验有关的全部内容，不能有丝毫的粗心和遗漏。

查：通过查阅手册和有关资料来了解实验中要用到或可能出现的化合物的性质和物理常数。

写：在看和查的基础上认真书写预习笔记。每个学生都应准备一本实验预习、实验记录本，并编上页码，不能用活页本或零星纸张代替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了，可以用笔勾掉，但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要简练明确，书写整齐，字迹清楚。写好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。

预习报告内容包括：

(1) 实验名称, 实验目的和要求, 实验原理和反应式(主反应和主要副反应)。

(2) 试剂及产品的物理化学常数(相对分子质量、性状、折射率、密度、熔点、沸点及溶解度)。

(3) 试剂浓度和用量, 理论产量的计算或含量的计算。

(4) 正确并清晰地画出仪器装置示意图。能够准确识别所用的每件仪器, 并了解仪器的工作原理、用途和正确的操作方法, 以及是否有其他替代仪器等。

(5) 简要操作步骤或实验流程。阅读实验教材后, 根据实验内容正确写出简明的实验步骤(不能照抄!)或实验流程, 关键之处应注明。步骤中的文字可用符号简化。例如, 化合物只写化学式, 加热用“ $\Delta$ ”, 加用“+”, 沉淀用“ $\downarrow$ ”, 气体逸出用“ $\uparrow$ ”等。对于实验中可能会出现的问题, 要写出防范措施和解决方法。

预习报告中涉及的内容, 在实验过程中会有进一步认识和更新。可将实验记录本每页分成两部分, 左边写预习内容, 相应栏目的右边则写实验中新的认识和补充, 以及观察到的实验现象。

### 二、认真实验

在预习的基础上, 按照实验步骤、试剂用量和仪器的使用方法严肃认真地进行实验。做到规范操作、细致观察、如实记录。如发现实验现象与理论不符时, 应对实验过程一步一步地核查, 找出失败的原因, 提出改进的措施, 重新操作, 以便得出有益的结论或采取相应的补救措施。如有新的见解和建议, 须征得老师的同意, 方可改变实验方案进行实验。在实验过程中应保持肃静, 并严格遵守实验室各项规章制度。

### 三、实验记录

在实验过程中, 实验者必须养成一边进行实验一边直接在记录本上做记录的习惯, 不许事后凭记忆补写, 或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程, 如加入药品的数量, 仪器装置, 每一步操作的时间、内容和所观察到的现象(包括温度、颜色、状态变化; 结晶、沉淀的产生或消失; 是否放热或有气体放出等)和测得的各种数据。

记录要求实事求是, 反映真实的情况, 特别是当观察到的现象与预期的不同, 以及操作步骤与教材规定的不一致时, 要按照实际情况记录清楚, 以便作为总结讨论的依据。其他各项, 如实验过程中一些准备工作、现象解释、称量数据以及其他备忘事项, 可以记在备注栏内。应该牢记, 实验记录是原始资料, 科学工作者必须重视。实验结束后, 应将实验记录和产品交指导教师检查、签字。

### 四、实验报告

实验结束后, 要对实验进行概括和全面总结, 写出实验报告。因此, 做完实验后, 除了整理归纳实验数据(制备或合成实验包括写出产物的状态、产量、产率和实际测得的物性, 如熔程、沸程等, 定量分析实验包括称样量、标准溶液的浓度、滴定剂用量等)、回答指定的思考题外, 还必须根据实验的具体情况就产品的质量、产量及实验过程中出现的问题进行分析, 以总结经验教训, 进而对实验提出改进意见, 这是把感性认识上升为理性认识的不可缺少的必要环节。应根据实验现象进行分析、解释, 写出有关的反应方程式, 或根据实验数据进行计算, 并将计算结果与理论值比较、分析, 从而得出结论。实验报告应简明扼要, 书写工整, 不要随意涂改, 更不能相互抄袭, 马虎行事。

不同类型实验报告的格式不同。下面介绍几种报告格式, 以供参考。

## [格式一] 化学制备实验报告

## 实验 5-6 去离子水的制备

## 一、实验目的

1. 掌握用离子交换法制备去离子水的原理和操作方法。
2. 熟悉离子交换树脂的再生处理。
3. 学会使用电导率仪。
4. 掌握水中杂质离子的检验方法。

## 二、实验原理

当天然水通过阳离子交换树脂时,水中的  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Na}^{+}$  等阳离子被树脂吸附,发生如下的交换反应:



当天然水通过阴离子交换树脂时,水中的  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$  等阴离子被树脂吸附,并发生如下的交换反应:

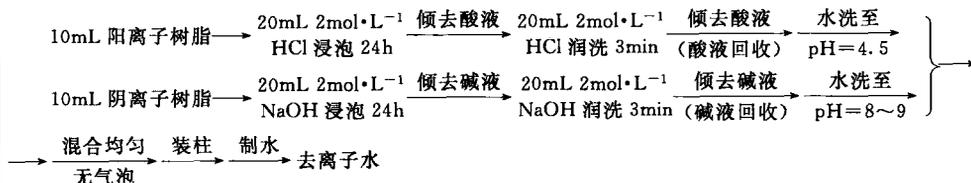


经阳、阴离子交换树脂交换后产生的  $\text{H}^+$  与  $\text{OH}^-$  发生中和反应,就得到了去离子水。

离子交换树脂的交换量是一定的,使用到一定程度后即失效。失效的阳、阴离子交换树脂可分别用稀  $\text{HCl}$ 、稀  $\text{NaOH}$  溶液再生。

## 三、实验步骤

## 1. 去离子水的制备



## 2. 水质检验

## (1) 化学检验

实验步骤	实验现象	解 释
① $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 检验 1mL 交换水 + 2 滴 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 + 少量铬黑 T 指示剂 1mL 天然水 + 2 滴 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 + 少量铬黑 T 指示剂	显蓝色 显粉红色	交换水中 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 极少, 溶液显示铬黑 T 指示剂的颜色 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 遇铬黑 T 指示剂显示粉红色
② $\text{Cl}^-$ 检验 10 滴交换水 + 1 滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{HNO}_3$ 溶液 + 2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{AgNO}_3$ 溶液 10 滴天然水 + 1 滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{HNO}_3$ 溶液 + 2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{AgNO}_3$ 溶液	无白色沉淀 白色沉淀	交换水中 $\text{Cl}^-$ 极少, 不足以产生白色 $\text{AgCl}$ 浑浊 $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow$
③ $\text{SO}_4^{2-}$ 的检验 10 滴交换水 + 1 滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ + 1 滴 $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{BaCl}_2$ 溶液 10 滴天然水 + 1 滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{HCl}$ + 1 滴 $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $\text{BaCl}_2$ 溶液	不出现白色浑浊 出现白色浑浊	交换水中 $\text{SO}_4^{2-}$ 极少, 不足以产生白色 $\text{BaSO}_4$ 浑浊 $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \longrightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow$

## (2) 物理检验

天然水的电导率=

; 交换水的电导率=

## 四、实验结论

## 五、思考题

**[格式二] 化学测定实验报告**  
实验 5-14 蛋壳中碳酸钙含量的测定

## 一、实验目的

1. 对于实际试样的处理方法(如粉碎、过筛等)有所了解。
2. 掌握返滴定的方法原理。

## 二、实验原理

蛋壳的主要成分  $\text{CaCO}_3$  与已知浓度的过量  $\text{HCl}$  溶液发生下述反应:



用已知浓度  $\text{NaOH}$  溶液返滴定过量的  $\text{HCl}$  溶液,由加入  $\text{HCl}$  的物质的量与返滴定所消耗的  $\text{NaOH}$  的物质的量之差,即可求得试样中  $\text{CaCO}_3$  的含量。

## 三、实验步骤

将蛋壳去内膜并洗净,烘干后研碎,使其通过 80 目的标准筛,准确称取 3 份 0.1g 此试样,分别置于 250mL 锥形瓶中,用滴定管逐滴加入  $\text{HCl}$  标准溶液 40.00mL,并放置 30min,加入甲基橙指示剂,以  $\text{NaOH}$  标准溶液返滴定其中的过量  $\text{HCl}$  至溶液由红色刚刚变为黄色即为终点。

## 四、数据处理与实验结果

项 目		1	2	3
蛋壳质量/g		0.1086	0.1017	0.1052
NaOH 浓度/mol·L <sup>-1</sup>		0.09190		
NaOH 体积/mL		18.30	19.70	19.00
HCl 体积/mL		40.00	40.00	40.00
HCl 浓度/mol·L <sup>-1</sup>		0.09200		
CaCO <sub>3</sub> 的质量分数/%	测定值	91.99	91.94	91.92
	平均值	91.95		
偏差/%		0.04	-0.01	-0.03
平均偏差/%		0.03		

## 五、思考题

## [格式三] 化学性质实验报告

## 实验 5-2 试剂取用与试管操作

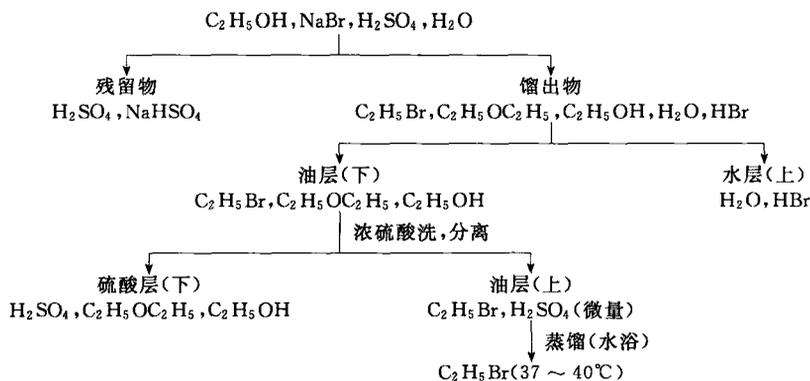
一、实验目的		
1. 学习固体和液体试剂的取用方法。 2. 掌握试管振荡和加热试管中的固体和液体等基本操作方法。		
二、实验步骤		
实验步骤	实验现象	解释及结论(反应方程式)
1. 试剂的取用 (1)用水反复练习估量液体体积的方法 取 1mL 自来水,用小滴管滴入试管中 用量筒量取 10mL、20mL 倒入 50mL 烧杯中 (2)溶液中不同的 pH 值,酸碱指示剂的颜色 第一支试管中:1mL 蒸馏水+1 滴甲基橙 第二支试管中:1mL 蒸馏水+1 滴酚酞 以 0.2mol·L <sup>-1</sup> HCl 和 0.2mol·L <sup>-1</sup> NaOH 代替蒸馏水进行同样实验 (3)第一支试管:一小粒锌粒+约 10 滴 0.2mol·L <sup>-1</sup> HCl 第二支试管:一小粒锌粒+约 10 滴 0.2mol·L <sup>-1</sup> HCl+少量铜粉	介质 指示剂 水 甲基橙 酚酞 HCl 黄色 无色 NaOH 橙黄色 无色 黄色 粉红色 2 支试管均有气体放出,第二支试管比第一支放出气体速度快	1mL 大约是 21 滴,一滴大约是 0.05mL。1mL 在试管的大约 1/10 位置 10mL、20mL 分别在 50mL 烧杯 1/5、2/5 位置 pH 变色范围 甲基橙 3.1~4.4 橙黄色 酚酞 8.8~10.0 粉红色 $\text{Zn} + 2\text{H}^+ \longrightarrow \text{Zn}^{2+} + \text{H}_2 \uparrow$ 第二支试管形成 Cu-Zn 原电池,所以放出气体要快
三、思考题		

## [格式四] 有机合成实验报告

## 实验 12-2 溴乙烷的制备

一、实验目的	
1. 了解以醇为原料制备饱和一卤代烃的实验原理和方法。 2. 掌握低沸点化合物蒸馏的基本操作。 3. 熟练掌握分液漏斗的使用方法和常压蒸馏操作。	
二、实验原理	
通过乙醇、溴化钠和硫酸作用制备溴乙烷为 S <sub>N</sub> 2 反应,因溴乙烷的沸点很低(38.4℃),在制备时可采用不断地从反应体系中蒸出生成溴乙烷的方法,使反应向生成物方向移动。 在该制备实验中,硫酸的存在是反应的重要条件,过量的硫酸有利于加速反应,但硫酸浓度太大又会诱发一系列的副反应。	
主反应:	$\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) \longrightarrow \text{HBr} + \text{NaHSO}_4 \quad (1)$ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} + \text{HBr} \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{CH}_2\text{Br} + \text{H}_2\text{O} \quad (2)$
副反应:	$2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow[\Delta]{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow[\Delta]{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_2=\text{CH}_2 + \text{H}_2\text{O}$ $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{HBr} \rightleftharpoons \text{SO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{Br}_2$

实验步骤流程:



三、药品用量、规格及主要仪器:

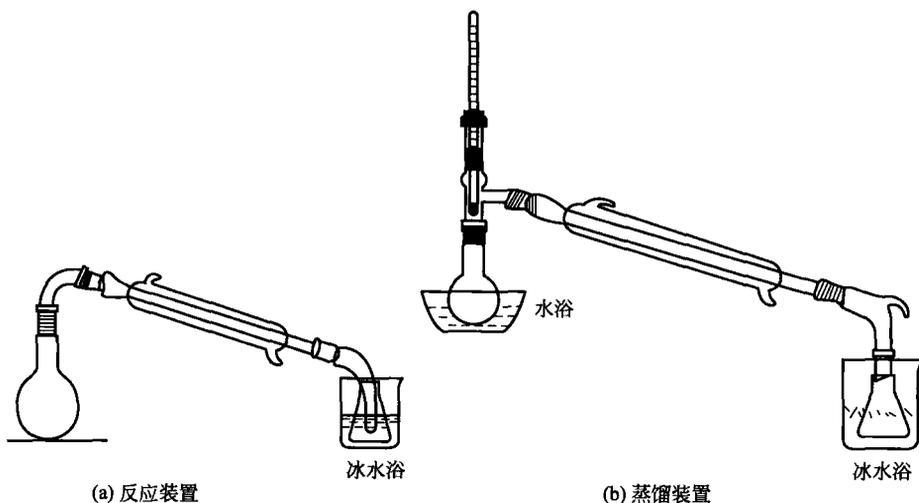
药品: 乙醇(95%)	7.9g	10mL	0.165mol
溴化钠(无水)	13g		0.126mol
浓硫酸( $d=1.84$ )		19mL	0.34mol
饱和亚硫酸氢钠溶液			

主要仪器: 圆底烧瓶(100mL, 50mL 各一个); 75°弯管; 直形冷凝管; 接引管; 锥形烧瓶; 分液漏斗; 烧杯等。

主要原料及主、副产物的物理常数:

名称	相对分子质量	相对密度	熔点/ $^\circ C$	沸点/ $^\circ C$	折射率	溶解度/ $g \cdot 100g$ 溶剂 $^{-1}$		
						水	乙醇	乙醚
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	1.3611	$\infty$	$\infty$	$\infty$
溴化钠	103					79.5(0 $^\circ C$ )	微溶	-
硫酸	98	1.83	10.38	340		$\infty$	0	0
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	1.4239	1.06(0 $^\circ C$ )	$\infty$	$\infty$
硫酸氢钠	120		58.5			50(0 $^\circ C$ )	-	-
乙醚	74	0.71	-116	34.6	1.3526	100(100 $^\circ C$ )		
乙烯	28		-169	-103.7		7.5(20 $^\circ C$ )	$\infty$	$\infty$

四、仪器装置图



五、实验记录			
时间	步骤	现象	备注
8:30	安装反应装置[图(a)]		接受器中盛 20mL 水,用冷水冷却
8:45	在烧瓶中加入 13g 溴化钠,然后加入 9mL 水,振荡使其溶解,再加入 10mL 95% 乙醇,混合均匀	固体成碎粒状,未全溶	
8:55	振荡下逐渐滴加 19mL 浓硫酸,同时用水浴冷却	放热	
9:00	加入三粒沸石开始加热		
9:10		出现大量细泡沫	
9:20		冷凝管中有馏出液,第一滴馏出液进入接受器,乳白色油状物沉入水底	
10:15	停止加热	固体消失	
10:25		馏出液中已无油滴,瓶中残留物冷却成白色晶体	用试管盛少量水试验,是 $\text{NaHSO}_4$
10:30	用分液漏斗分出油层	油层(下)呈乳白色	油层约 8mL
10:35	油层用冰水冷却,滴加 5mL 浓硫酸,振荡后静置,分去下层硫酸	油层(上)变透明	
10:50	安装好蒸馏装置[图(b)]		
11:05	水浴加热,蒸馏油层		接受瓶 53.0g 接受瓶+溴乙烷 63.0g 溴乙烷 10.0g 无色透明液体 沸程 38~39.5℃
11:10		开始有馏出液 38℃	
11:18		39.5℃	
11:33	蒸完		

六、产率计算

$$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} + \text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) \rightleftharpoons \text{CH}_3\text{CH}_2\text{Br} + \text{H}_2\text{O} + \text{NaHSO}_4$$

$$0.165\text{mol} \quad 0.126\text{mol} \quad 0.34\text{mol}$$

以 NaBr 为基准计算:

$$\text{理论产量} = 0.126 \times 109 = 13.73$$

$$\text{产率} = \text{实际产量} / \text{理论产量} \times 100\% = 10 \div 13.73 \times 100\% = 72.83\%$$

七、问题与讨论

本次实验产品的产量、质量基本合格。最初得到的几滴粗产品略带黄色,可能是因为加热太快,溴化氢受硫酸氧化而分解出溴所致。经调节加热速度后,粗产品呈乳白色。用浓硫酸洗涤时发热,说明粗产物中有尚未反应的乙醇、副产物乙醚和水;副产物乙醚是因加热过猛产生的;水分则可能是从水中分离粗产品时带入的。用浓硫酸洗涤时发热可能会使溴乙烷损失一部分,因溴乙烷沸点很低,只有 38.4℃。

### 第三节 化学实验室规则

为了保证实验正常进行,培养良好的实验习惯,并保证实验室的安全,学生必须严格遵守化学实验室规则。

(1) 实验前要做好预习和准备工作,明确实验目的,掌握实验要求和实验原理,了解实验内容及注意事项,并写好实验预习笔记。

(2) 实验室中应穿实验工作服,不得穿拖鞋,不得使用手机及其他电子娱乐设备。严禁抽烟、吃食物。

(3) 实验时应保持实验室和实验台面的整洁, 仪器有序摆放, 药品应放在固定的位置上, 实验台上不能放置书包等与实验无关的个人物品。

(4) 实验前先检查仪器、用品是否完整。如有缺损, 应向教师提出解决, 不许擅自动用他人(或组)的仪器、用品。

(5) 实验过程中应严格遵守操作规程, 听从教师的指导, 按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。

(6) 实验时要遵守纪律, 保持肃静, 集中精神, 认真操作, 仔细观察, 积极思考, 如实地详细地做好记录。

(7) 要按规定量取用试剂, 注意节约水、电、药品等。从瓶中取出药品后, 不得将药品再倒回原瓶中, 以免带入杂质。取用固体药品时, 切勿使其撒落在实验台上。如洒落, 应及时清理并处理。

(8) 要爱护国家财物, 小心地使用仪器和实验设备。仪器如有损坏, 要及时登记补领。实验产生的固、液废弃物, 应分类放置于专用容器, 集中处理。

(9) 高度重视安全操作, 熟悉消防器材存放地点及正确使用方法。实验正在进行时, 操作人员不得擅自离开岗位。实验过程中应始终保持室内安静整洁, 过路畅通。

(10) 实验结束后, 将所用仪器洗刷干净, 并放回实验柜内。实验柜内仪器应存放有序, 清洁整齐。揩净实验台及试剂架。

(11) 每次实验后, 由学生轮流值日, 负责打扫和整理实验室, 清理水槽, 关好电闸、水和煤气开关。关好门窗, 以保持实验室的整洁与安全。

(12) 实验室内所有仪器、药品及其他用品, 未经允许一律不许带出室外。

## 第四节 化学实验安全知识

### 一、实验室安全守则

化学实验室所用的药品大多数是易燃、易爆、有毒的, 因此, 这是一个有潜在危险的工作环境, 在化学实验室中若粗心大意就可能发生事故。但是, 实验者只要严格遵守操作规程, 加强安全防范, 完全可以避免危险和伤害, 安全地得到科学的训练, 掌握从事化学实验所需的技能。所以, 在进入实验室之前, 每个人都必须学习和熟悉化学实验室的安全守则和规章制度。

(1) 必须熟悉实验室的安全程序, 熟悉实验室配备的安全用具、灭火器材、沙箱及急救箱等放置地点, 了解使用方法, 并注意爱护, 不得移作他用或挪动存放位置。

(2) 实验开始前一定要认真阅读实验内容, 应检查仪器是否完整无损, 装置是否正确, 经指导教师检查同意后方可进行实验。

(3) 实验进行时不得擅自离岗, 要随时注意反应过程中有无异常现象发生及装置有无漏气、破裂等现象, 如有应及时报告, 以便及时处理。常压下进行蒸馏、回流等操作, 务必保证整个系统与大气相通, 以防爆炸事故发生。

(4) 对待所有的药品一定要小心、仔细。取用试剂时一定要核对标签。一定要注意观察实验现象, 遇到疑问一定要问指导老师。进行有可能发生危险的实验时, 应有必要的安全防护措施, 如戴防护眼镜、面罩、手套等。

(5) 实验过程中的污水、污物、残渣等应放入指定地点, 不得随意丢弃, 更不得丢入水槽, 废液应倒入废液缸中。

(6) 一定要保持自己的工作环境清洁。实验结束后应将所用仪器洗刷干净, 放置整齐。

- (7) 禁止独自在实验室做实验。禁止做一些未经批准的实验。
- (8) 禁止在实验室里奔跑或大声喧哗, 禁止妨碍他人实验或分散别人注意力。
- (9) 使用的玻璃管或玻璃棒切割后应马上熔光断口, 保持断口圆滑, 以免割伤皮肤。
- (10) 不能用湿手接触电源。水、电、煤气一经用毕应立即关闭, 用完点燃的火柴应立即熄灭, 不得乱扔。
- (11) 不能私自将实验药品带出实验室。
- (12) 实验结束后应洗手, 关闭好水、电、气开关后方可离开实验室。

## 二、药品使用安全规则

不论做性质实验还是制备实验, 均必须严格按所规定的药品剂量进行实验, 不得随意改动, 以免影响实验效果, 甚至导致实验事故的发生。

### 1. 在量取药品时应注意的事项

- (1) 用滴管(或移液管)吸取液体药品时, 滴管一定要洁净, 以免污染药品。
- (2) 固体药品应用洁净、干燥的药匙取用, 用后应将药匙擦拭干净。专匙专用。
- (3) 量取药品时, 如若过量, 其过量部分可供他人使用, 不可随意丢弃, 更不可倒入原试剂瓶中, 以免污染药品。

(4) 为防止一些腐蚀性的酸液和药品通过皮肤进入体内, 应该避免药品与皮肤接触。在进行实验室常规性工作时, 最好戴上橡胶或塑料手套, 可以减少药品与皮肤接触的危险。当使用一些腐蚀性或有毒性的药品时, 必须戴上橡胶手套。

- (5) 取完药品后应立即盖好瓶盖, 放回原处。
- (6) 公用药品必须在指定地点使用, 不可挪为己用。

### 2. 常见危险品使用时应注意的事项

- (1) 使用酒精、乙醚、苯、丙酮等易挥发和易燃物质时, 要远离火源。
- (2) 有毒或有刺激性气体的实验, 要在通风橱内进行。
- (3) 使用浓硫酸、浓硝酸、浓碱、洗液、液溴、氢氟酸及其他有强烈腐蚀性的液体时, 要十分小心, 切勿溅在衣服、皮肤, 尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时, 必须将浓硫酸缓慢地倒入盛有水的容器中并不断搅拌, 绝不能把水倒入浓硫酸中, 以免迸溅。

(4) 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧。故钾、钠保存在煤油中, 白磷保存在水中。取用它们时要用镊子夹取。

(5) 在点燃氢气等可燃性气体之前要检验其纯度, 绝不可在未经检验纯度前直接在制备装置或贮气瓶气体导出管口点火, 否则可能引起爆炸。

(6) 不允许用手直接取用固体药品。不能将药品任意混合。氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等强氧化剂或其混合物不能研磨, 否则会引起爆炸。

(7) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物, 尤其是氰化物)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液不要随便倒入下水道, 应倒入废液缸内统一处理, 以免污染环境。

(8) 金属汞易挥发, 会通过呼吸道进入体内, 逐渐积累将引起慢性中毒, 所以, 用汞时要特别小心, 不得使其洒落在桌上或地上。一旦洒落, 要尽可能地收集起来, 并用硫粉覆盖在洒落的地方, 使之转化为硫化汞。

### 3. 其他注意事项

(1) 应配备必要的防护眼镜。倾注药剂或加热液体时, 不要俯视容器。加热试管时, 不要将试管口对着自己或别人, 以免液体溅出, 受到伤害。不要用鼻孔凑到容器口上去嗅闻气

体，应用手轻拂气体，将少量气体轻轻煽向自己后再嗅。

(2) 在实验过程中，未经教师允许不得擅自量取药品重做实验。

(3) 实验完毕要洗净双手后，再离开实验室。

### 三、化学药品的处理

化学药品因其毒性、腐蚀性、易燃易爆而十分危险。许多有机化合物在遇到明火时就会燃烧甚至爆炸，特别像酒精、乙醚等低沸点溶剂。一个严重的溶剂火灾会在几秒钟内使实验室的温度升高到  $100^{\circ}\text{C}$  以上，这是极其危险的。

有条件的化学实验室最好不使用明火。加热反应混合物或溶剂，最好使用水浴、油浴、电热套等。如在实验室中需用酒精灯加热，操作时一定要防止火灾的发生，在点燃酒精灯之前，要检查周围有没有易燃的液体敞口放置。同样，在转移、倾倒易燃液体时，也要检查周围有没有明火。有机溶剂的蒸气压一般比空气大，因此千万不要随意将废液，特别是不要将易燃溶剂倒入下水道。

为防止吸入有毒化合物的蒸气，实验室里应该备有可靠的通风设备。使用一些特别有毒的药品，或进行易放出挥发性气体或毒性蒸气的反应时，应在通风橱内完成。

必须严格遵守实验室明文规定处理化学药品废弃物的具体程序和步骤。

#### 1. 固体废弃物

化学实验室里的固体废弃物常分为：固体试剂、色谱分离用的吸附剂、用过的滤纸片、测定熔点的废玻璃管和一些碎玻璃等等。无毒的固体废弃物，要放入指定的盛放容器中。毒性废弃物应放入标有特别标志的容器里。一些特殊的有毒化学试剂在丢弃前应当经过适当处理以减小其毒性。

#### 2. 水溶性废弃物

将实验室的水溶性废弃物直接倒入下水道，会对环境造成污染，应倒入废液缸中，集中处理。

#### 3. 有机溶剂

有机溶剂的处理是一个重要问题。它们通常是不溶于水的，有很高的易燃性。废弃的有机溶剂应倒入贴有标签的容器，集中起来，由专业部门处理。

## 四、实验室内事故的预防、处理和急救

### (一) 割伤

割伤一般是装配玻璃仪器操作不当造成的。因此，预防玻璃割伤应注意以下几点：

- (1) 玻璃管(棒)切割后，其断面应在火上熔光。
- (2) 仪器的口径与塞子口径应相符，切忌勉强连接或插入。
- (3) 按要求正确地进行仪器装配，如图 1-1 所示。

如果不慎发生割伤事故应及时处理。应先检查伤口内有无玻璃碎片，并将伤口处的玻璃碎片或固体物取出。若伤口不大，用蒸馏水洗净后，涂上红药水，撒上消炎止血粉，用纱布包扎好或敷上创可贴；如果为大伤口，应立即用绷带扎紧伤口上部，使伤口停止出血，急送医院。

### (二) 烫伤与灼伤

(1) 烫伤后切勿用冷水冲洗。如伤处皮肤未破，可用饱和  $\text{NaHCO}_3$  溶液或稀氨水冲洗，再涂上烫伤膏或凡士林。如伤处皮肤已破，可去医院由专科医生处理。

(2) 强酸(或强碱)灼伤 若强酸(或强碱)溅在眼睛或皮肤上，应立即用大量水冲洗伤处。若为酸液灼伤，先用  $1\% \text{NaHCO}_3$  溶液冲洗，再用水冲洗。若为碱液灼伤，则先用

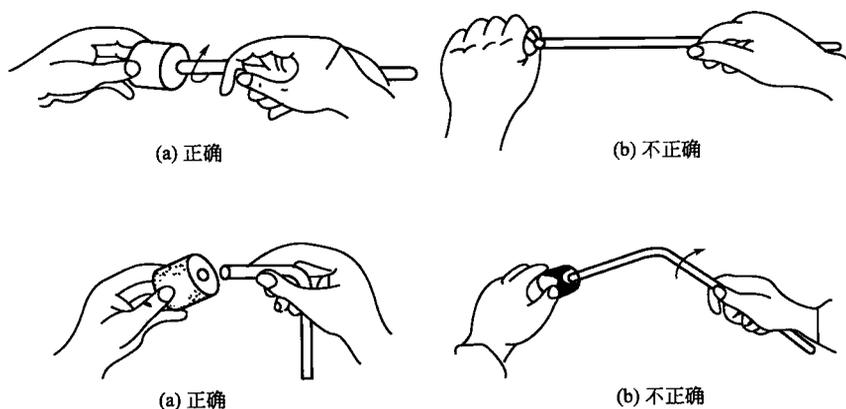


图 1-1 玻璃管插入塞子

1%的硼酸冲洗，最后用水洗。重伤者经初步处理后，急送医务室或医院治疗。

(3) 溴、磷灼伤 被溴灼伤后先用大量水冲洗，用酒精擦洗至无溴液，然后再涂以鱼肝油软膏。眼睛内按酸液溅入眼中方法处理。若眼睛受溴蒸气刺激暂时不能睁开时，可对着盛有酒精的瓶内注视片刻。

被白磷灼伤，用5%硫酸铜溶液冲洗，然后用经硫酸铜溶液润湿的纱布覆盖包扎。

### (三) 中毒的预防与处理

#### 1. 中毒的预防

(1) 有毒药品应妥善保管，不许乱放。剧毒药品应有专人负责收发，并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善、有效的处理，不得乱丢。

(2) 接触有毒物质时必须戴橡皮手套，操作后应立即洗手，切勿让毒品沾及五官或伤口。

(3) 进行可能产生有毒或腐蚀性气体的实验时，应在通风橱内操作，实验开始后不得把头伸入通风橱内。也可用气体吸收装置吸收有毒气体。

(4) 所有沾染过有毒物质的器皿，实验完毕后，要立即进行消毒处理和清洗。

#### 2. 中毒的处理

(1) 毒物溅入口中应立即吐出，并用大量水冲洗口腔。若已吞下，应根据毒物性质给以解毒剂，并立即送医院治疗。

强酸中毒可服用氢氧化铝膏、鸡蛋清；强碱中毒则服用醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒皆须再灌注牛奶，不能服用呕吐剂。

刺激性及神经性中毒：先服用牛奶或鸡蛋清使之冲淡和缓解，再服用硫酸镁溶液（约30g溶于一杯水中）催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐，然后送医院治疗。

(2) 吸入气体中毒：将中毒者移至空气新鲜处休息，解开衣服和纽扣。如出现较严重症状，立即送医院治疗。吸入少量氯气或溴蒸气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。吸入氯气、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。注意：吸入氯、溴气中毒时，不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

#### (四) 触电

迅速切断电源，必要时进行人工呼吸。